

改良 9Cr-1Mo 鋼のマルテンサイトラス組織変化による クリープ余寿命評価

澤田 浩太*・竹田 正明*・丸山 公一*²・小峰 龍司*³・永江 勇二*³

Residual Creep Life Assessment by Change of Martensitic Lath Structure in Modified 9Cr-1Mo Steels

Kota SAWADA, Masaaki TAKEDA, Kouichi MARUYAMA, Ryuji KOMINE and Yuji NAGAE

Synopsis : Mod.9Cr-1Mo steel has a martensitic lath structure. Recovery of the lath structure takes place in the course of creep. Microstructural degradation due to the recovery results in the acceleration of creep rate and the subsequent failure of a specimen. Change of lath width during creep of the steel was quantitatively investigated to propose a residual life assessment methodology based on the recovery process.

Since the steel was tempered at 1053 K, the lath structure is thermally stable at the testing temperatures (848 K~923 K). However, recovery of lath structure readily takes place during creep, indicating that the recovery is induced by creep deformation. Lath width d increases with creep strain and saturates to a value d_s determined by creep stress. The increase of d is faster at a higher stress and temperature. A normalized change in lath width, $\Delta d/\Delta d_s$, was introduced to explain the variation of lath growth rate with creep stress and temperature. Δd is the change in lath width from the initial value d_0 , and Δd_s is the difference between d_s and d_0 . $\Delta d/\Delta d_s$ is uniquely related to creep strain ϵ and the relationship is independent of creep stress as well as creep temperature. This $\Delta d/\Delta d_s-\epsilon$ relationship obtained by an accelerated creep test at a higher temperature or stress is applicable to any creep condition including service conditions of engineering plants.

Creep strain can be evaluated from the measurement of $\Delta d/\Delta d_s$ based on the $\Delta d/\Delta d_s-\epsilon$ relationship. A creep curve under any creep condition can readily be calculated by creep data of the steel. Combining these information one can assess residual life of a structural component made of the steel.

Key words : steel for elevated temperature service; martensitic lath structure; metallography; creep life assessment.

1. 緒言

我が国における火力発電プラントには、設計寿命を迎えているものが多くある。しかし、設計寿命には、十分な安全裕度を見込んでいたため、これらのプラントは、今後も安全に使用できる可能性が高い。ただし、これら経年プラントの使用期間を延長するには、プラントの余寿命を評価し、どの程度安全かを示す必要がある。発電プラントでは、構成部材は高温高压下にさらされる。このような環境下では、材料はクリープ変形し、それに伴って破壊が進行する。クリープ変形中に粒界キャビティが発生し、それが連結して破断するオーステナイト鋼やニッケル基合金では、粒界キャビティの成長・連結がクリープ寿命を直接支配する。そのため、粒界キャビティの成長、連結過程を計測すれば、破断に至るどの段階にあるかを推定できる¹⁻³⁾。しかし、十分なクリープ延性を有するフェライト鋼やマルテンサイト鋼では、キャビティが観察されるのは破断時間のごく近傍である。したがって他の指標が必要である。高温クリープでは、破壊に先立って塑性変形がおき、それがクリープ曲線として観察される。このクリープひずみと寿命との間

には密接な関係がある⁴⁾。そこで延性材料では、ひずみの計測によりクリープ損傷の評価が行われている⁵⁾。

一方、高温使用中の組織変化を計測し、寿命を評価する方法がある⁶⁾。組織変化と破壊(寿命)の関係は必ずしも確立されていないが、組織因子の変化とクリープ寿命比の間に一定の関係があれば、組織変化に基づく寿命評価が可能である。

本研究では、高速増殖炉の蒸気発生器材料として開発され、火力発電用ボイラ材としても広く使用されている、改良 9Cr-1Mo 鋼に注目する。高 Cr フェライト系耐熱鋼は、マルテンサイト組織、析出強化、固溶強化により高温強度が確保されている。本鋼は高いクリープ延性を有し、マルテンサイト組織の回復や析出物の成長などにより 3 次クリープ域におけるクリープ変形が加速され、その結果最終的にはキャビティの発生により破壊する。しかし、破壊に先立つクリープ変形の加速を引き起こす微細組織の変化が、クリープ寿命の大半を支配していると考えられる。ラス幅はクリープ変形速度と密接な関係があり^{7,8)}、ラス幅の変化は、組織変化とクリープ寿命を関連づける上で有用な指標と考えられる。そこで前報⁹⁾において、強化因子の一つ

平成 10 年 2 月 19 日受付 平成 10 年 5 月 7 日受理 (Received on Feb. 19, 1998; Accepted on May 7, 1998)

* 東北大学大学院生 (Graduate Student, Tohoku University, Aza-Aoba Aramaki Aoba-ku Sendai 980-8579)

* 2 東北大学大学院工学研究科 (Graduate School of Engineering, Tohoku University)

* 3 動力炉・核燃料開発事業団 大洗工学センター (Oarai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corp.)

Table 1. Chemical composition (mass%) and heat treatment procedure of the steel studied.

| C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | V | Nb-Ta | Al | N |
|-------------|-------|-----------|-------|-------|------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 0.10 | 0.40 | 0.43 | 0.014 | 0.001 | 0.07 | 8.73 | 0.96 | 0.22 | 0.090 | 0.013 | 0.051 |
| normalizing | | tempering | | | | | | | | | |
| 1323K | 2988s | 1053K | 3600s | | | | | | | | |

Table 2. Conditions of interrupted creep tests.

| Temperature / K | Stress / MPa |
|-----------------|--------------|
| 848 | 177 |
| 873 | 177 |
| 873 | 137 |
| 898 | 118 |
| 923 | 118 |

であるマルテンサイトラス組織のラス幅の変化が、クリープ損傷評価に利用できる可能性があることを提案した。

本論文は、ラス幅の変化と、クリープひずみおよびクリープ寿命比の関係を、種々の温度、応力において検討し、クリープ寿命評価手法を確立することを目的とする。寿命評価には、ラス幅と寿命比を関係づける検量線が必要である。この検量線は加速試験で作るため、検量線は温度や応力によって変化しないことが望ましい。そこで、試験温度や応力に影響されずにラス幅と寿命比を関係づける手法を検討した。

2. 実験方法

本研究で用いた改良9Cr-1Mo鋼は、熱間圧延板材である。その化学成分と熱処理条件をTable 1に示す。クリープ試験片は、その応力軸方向が圧延方向と平行となるように切り出した。ゲージ平行部直径10 mm、標点間距離50 mmの丸棒試験片である。単レバー型クリープ試験機により、大気中で定荷重クリープ破断および中断試験を行った。

ラス幅と寿命比を結びつける検量線を、温度あるいは応力加速試験に基づいて作ることを想定して、同一温度で応力を変えた、あるいは同一応力で温度を変えた試験条件で、クリープ中断試験を行った。選択した中断試験条件をTable 2に示す。クリープ中断材のラス組織変化を透過型電子顕微鏡を用いて観察した。ラスの短径をラス幅とし、1試料につき150~200個を測定し平均した。試料は、ゲージ平行部から応力軸方向と平行に切り出し、観察に供した。

3. 実験結果および考察

3.1 ラス幅の時間に伴う変化

Fig. 1(a)およびFig. 1(b)に、873 K・137 MPaと177 MPaおよび177 MPa・848 Kと873 Kにおけるマルテンサイト

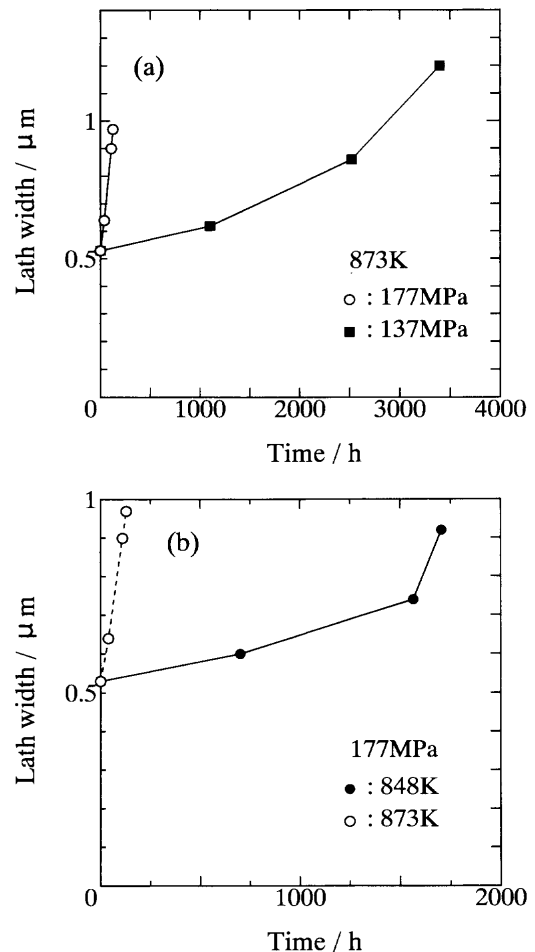


Fig. 1. Effects of (a) stress and (b) temperature on the relation between lath width and creep time.

ラス幅の変化過程を比較して示す。Fig. 2にはFig. 1(a)に対応する組織変化を示す。初期の平均ラス幅は0.53 μmである。ラス幅はクリープの進行とともに増大し、ラス組織の回復が起きる。Fig. 1で、最も長時間側の実験点は破断材の測定結果である。ラス幅はこの時点で応力によって決まる平衡値に飽和する⁹⁾。ラス幅の飽和値は高応力ほど小さい。一定応力なら、飽和値は温度に依らない。

本実験の試験温度は、焼戻し温度に比べて130 K以上低い。そのため、無応力下(ネジ部)ではラス組織は回復しない⁹⁾。これに対してFig. 1に示す応力下では、ラス幅は変形初期から増加する。このことは、ラス組織の回復が応力あるいは変形に誘起された現象であることを示唆する。Fig. 1(a)は同一温度で応力が、(b)は同一応力で温度がラス幅の成長に及ぼす影響を調べたものである。これらの結果から明らかなように、高応力あるいは高温ほどラス幅の増

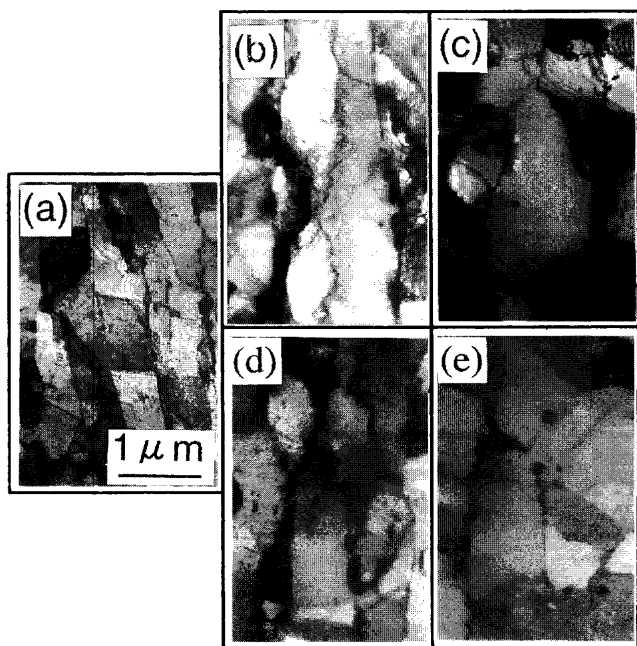


Fig. 2. Change of lath structure as a function of time. (a) Before creep, (b) 1100 h and (c) 2500 h at 873 K · 137 MPa, (d) 40 h and (e) 110 h at 873 K · 177 MPa.

加は早い。ラス幅の変化からクリープ寿命消費を評価するには、ラス幅の変化を支配する要因を明らかにする必要がある。そのためには、ラス幅の変化に応力や温度が影響する原因、言い換えれば、ラス幅の変化を温度や応力に影響されない形で表現する方法を見出す必要がある。

3.2 ラス幅の変化とひずみの関係

ラス幅の変化はラス境界の消失や新たなセル壁の形成によって起きる。例えばラス境界の消失は、ラス境界全体が移動して隣接ラス境界と合体するか、あるいはラス境界を構成する転位が解けることによって起きる。これらのプロセスにはラス境界を形成する多数の転位の運動が必要である。このことはひずみが応力下でのラス組織回復の重要因子である可能性を示唆する。転位の易動度は、応力や温度に影響され、高応力や高温ほど高い¹⁰⁾。3.1で述べたラス幅の変化に対する温度や応力の影響は、高応力あるいは高温ほど、一定時間に生じるひずみが大きいことに対応している可能性がある。そこで、ひずみという観点からラス幅の変化を検討した。

Fig. 3(a)に、ラス幅とひずみの関係に及ぼす温度の影響を示す。ラス幅は、ひずみの増加に伴い増加し、応力によって決まる値に飽和する。図から明らかなように、ラス幅とひずみの関係は温度に依らない。このことは、ラスの成長がひずみと密接に関連していることを示す¹¹⁾。またラス幅とひずみの関係が温度に依らないことは、低温・長時間条件でのラス幅とひずみの関係を温度加速試験で作ることが可能なことを示す。

Fig. 3(b)に、ラス幅とひずみの関係に及ぼす応力の影響を示す。Fig. 1(a)と比較すると、ラス幅の変化過程の試験

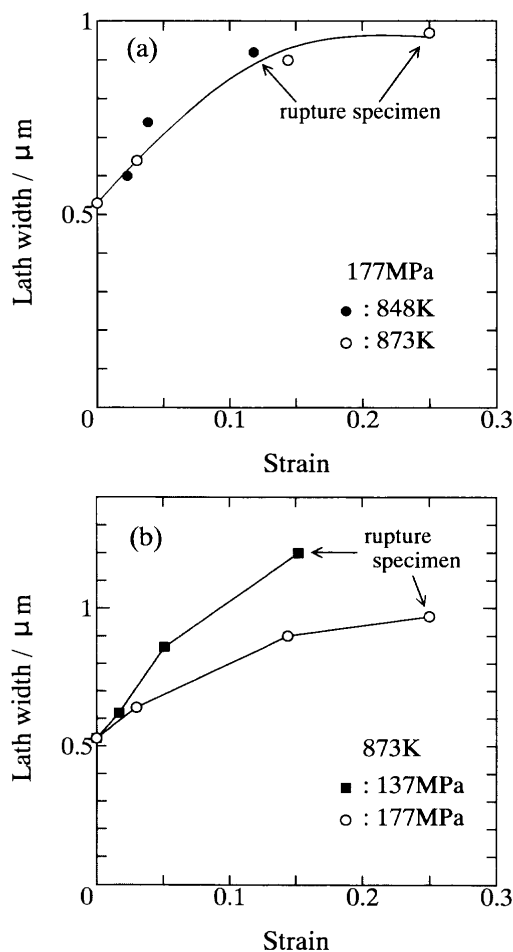


Fig. 3. Effects of (a) temperature and (b) stress on the relationship between lath width and creep strain.

応力による違いが少なくなる。このことも、ラス幅の変化がひずみとより密接な関係にあることを示唆する。しかし、ラス幅とひずみという単純な指標では応力の影響を完全に取り除くことはできない。

3.3 ラス幅の変化率とひずみの関係

クリープ変形中には、ラス境界の消失と新たなセル壁の形成が同時進行する。これらの転位組織変化を経てラス幅は応力で決まる平衡値に飽和する。したがって、応力が異なる場合すなわちラス幅の飽和値が異なる時、これらの転位組織変化のプロセスは、ひずみだけでなくラス幅の初期値と飽和値の差にも影響されると考えられる。低応力ではラス幅の飽和値が大きく、初期値との差が大きい。その結果、応力が低いと、Fig. 3(b)のように単位ひずみ当たりのラス幅の増加が大きい。以下では、ラス幅の初期値と飽和値の差を考慮し、ラス幅の変化率 $\Delta d / \Delta d_s$ を導入して、ひずみとラス幅の関係に対する応力の影響を検討する。

ラス幅の変化量 Δd を以下のように定義する。

$$\Delta d = d - d_0 \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 d は時間 t でのラス幅、 d_0 は初期値 ($0.53 \mu\text{m}$) である。 Δd_s は変化量の飽和値であり、次式で定義される。

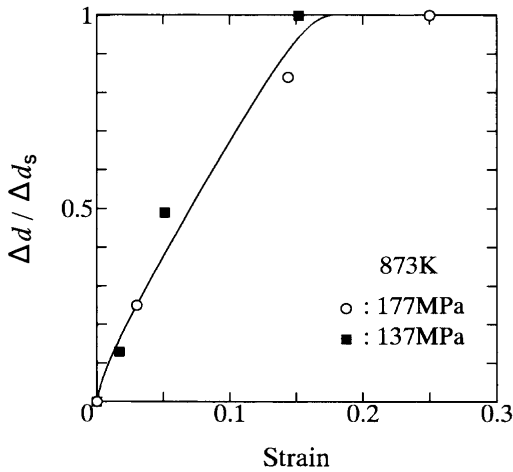


Fig. 4. Effect of stress on the normalized change of lath width with creep strain.

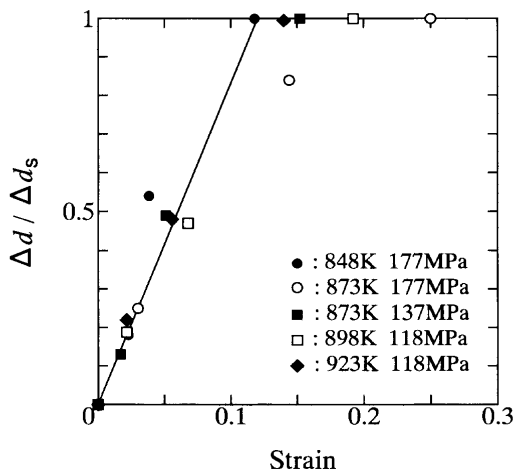


Fig. 5. Relation between normalized change of lath width and creep strain obtained under various creep conditions.

$$\Delta d_s = d_s - d_0 \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 d_s はラス幅の飽和値である。また、次の式に示すように、 d_s は応力と一定の関係がある⁹⁾。

$$d_s = 11 \frac{Gb}{\sigma} \dots \dots \dots (3)$$

ここで、 G は剛性率、 b はバーガースベクトルの大きさ、 σ はクリープ応力である。実機部材のラス幅の飽和値は、長時間の試験を要するため、実験から求めることは困難な場合が多い。しかし、応力が既知なら、式(2)および(3)より、 Δd_s を推定することができる。

Fig. 4に、ラス幅の変化率とひずみの関係に及ぼす応力の影響を示す。ラス幅の変化率とひずみの関係は、応力に依らない。Fig. 5に種々の温度・応力におけるラス幅の変化率とひずみの関係をまとめて示す。この図から、両者の関係は試験条件(温度、応力)に依らず、一義的に決まることが分かる。

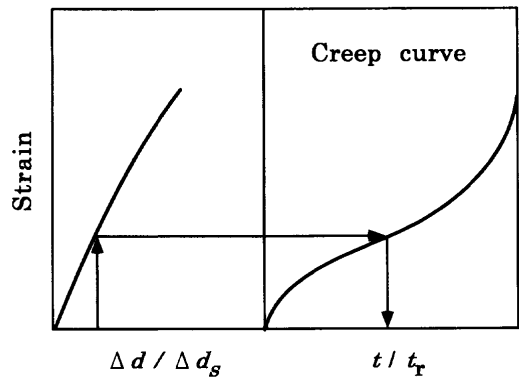


Fig. 6. Procedure of creep life assessment based on the relation between the normalized change of lath width and creep strain.

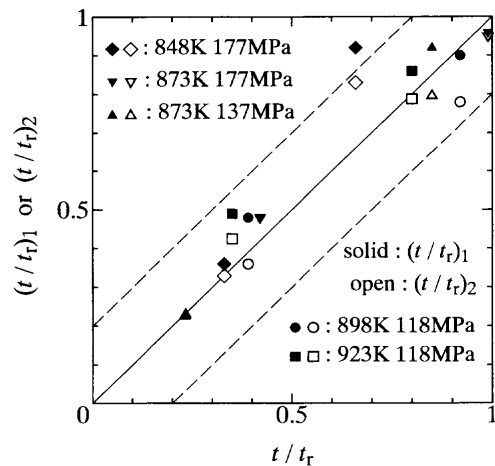


Fig. 7. Correlation between actual creep life fraction and the one assessed by change of lath width.

3.4 ラス幅の変化に基づく寿命消費率の推定

Fig. 5の関係を使えば、Fig. 6のようにラス幅の変化の測定から、ひずみを推定できる。ひずみとクリープ寿命は、クリープ曲線によって密接に関係づけられる⁴⁾。したがってこれらの情報を使えば、ラス幅の変化を計測することから、クリープ寿命比 t/t_r が評価できる。ここで t_r は破断時間である。ラス幅の変化率とひずみを関係づける検量線は温度や応力に影響されない。したがって温度あるいは応力加速試験で検量線を決定できる。応力が既知であれば、ラス幅の飽和値(Δd_s)も容易に推定できる。これらのことは、実機条件でのクリープ曲線が推定できれば長時間の実機条件での余寿命を短時間の試験で評価できることを示唆する。

Fig. 6に示す上記の手法で求めた寿命比 $(t/t_r)_1$ を Fig. 7に示す。横軸は実際の寿命比である。組織変化を利用してクリープ寿命を評価するには、注目する組織因子とクリープ寿命比を関係づける検量線を作る必要がある。その際に、組織変化を直接寿命比に対してプロットすることがよくある。Fig. 8はそのような一例で、種々の条件におけるラス幅の変化率とクリープ寿命比の関係をまとめたものであ

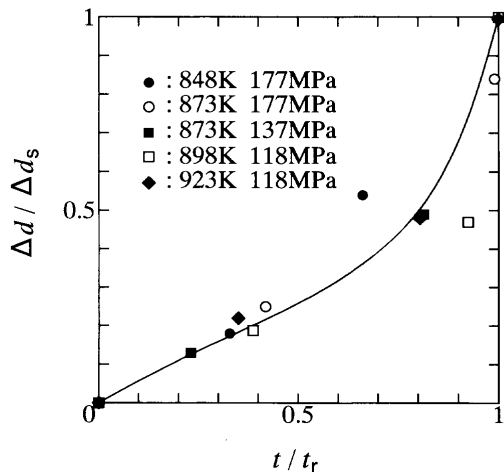


Fig. 8. Relationship between normalized change of lath width and creep life fraction under various creep conditions.

る。 $\Delta d/\Delta d_s$ を測定すれば、Fig. 8の関係から寿命比(t/t_r)₂を推定できる。Fig. 7にはこのようにして求めた寿命比(t/t_r)₂も示す。 $(t/t_r)_1$ 、 $(t/t_r)_2$ ともに、誤差を含むが実寿命比とほぼ一致する。このように、ラス幅の変化率から、Fig. 6の手法で間接的にあるいはFig. 8から直接、寿命比を推定することが可能である。

3.5 実機条件でのクリープ余寿命評価

前項で、 $\Delta d/\Delta d_s$ と t/t_r の関係から直接寿命消費を評価する場合(Fig. 8)と、ひずみを介してクリープ曲線から評価する場合(Fig. 6)の2つを検討した。Fig. 7に示した本研究の実験範囲では両者の間に、明白な差はない。

$\Delta d/\Delta d_s$ と t/t_r の関係を使って実機条件での余寿命を直接評価するには、短時間試験で得たこの関係が長時間破断条件(低温あるいは低応力)でもそのまま成立していなければならない。この可能性を検討するには、 $\Delta d/\Delta d_s$ と t/t_r がいかに関係づけられているかを考えればよい。 $\Delta d/\Delta d_s$ は、次の理由で t/t_r と密接な関係があるものと考えられる。3.2と3で述べたように、ラス幅の成長は変形およびラス幅の初期値と飽和値の差と密接に関係し、 $\Delta d/\Delta d_s$ とひずみの間には一義的な関係がある。Fig. 9に、 t/t_r を横軸にとって種々の条件におけるクリープ曲線を示す。177 MPaでの848 Kと873 Kのクリープ曲線、あるいは873 Kでの137 MPaと177 MPaのクリープ曲線を比較すると明らかのように、本研究の実験範囲内では、ひずみと t/t_r の関係は、実験誤差を考慮すれば、温度および応力に依らずほぼ一致する。これが $\Delta d/\Delta d_s$ と t/t_r の間にもFig. 8に示す直接的関係を得た理由と考えられる。

Fig. 9を詳細に見ると、低温・低応力ほど、ある t/t_r でのひずみ量が減少する。Fig. 9には、実機条件の応力に近い73.5 MPa (923 K)のクリープ曲線も比較して示す。実機条件に近い低応力では、他の条件に比べて、ある寿命比でのクリープひずみが小さくなる。このことは、ラス幅の変化

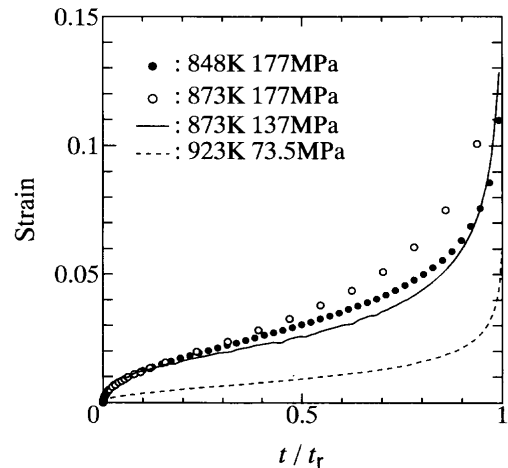


Fig. 9. Creep curve under various creep conditions.

率とひずみが密接に関連しているなら、実機条件ではラス幅の変化率と寿命比の関係が、Fig. 8の検量線より下にずれる可能性を指摘する。したがって、短時間試験で得られたFig. 8の検量線を、長時間破断条件に直接適用することは困難である。θ法等で実機条件でのクリープ曲線を推定し(推定クリープ曲線)、Fig. 5の関係をを用いて実機条件における $\Delta d/\Delta d_s$ と t/t_r の関係が得られれば、 $\Delta d/\Delta d_s$ から直接的にクリープ寿命比が推定できる。Fig. 6のラス幅の変化率とひずみの関係に基づく場合は、実機条件でのクリープ曲線を推定すればクリープ寿命比が推定できる。しかし、Fig. 5の $\Delta d/\Delta d_s$ とひずみの関係には誤差がある。それは、ラス幅自体の測定誤差と Δd_s の評価誤差に起因する。今後はこの誤差を小さくし、ラス幅の変化によるひずみの推定精度を向上する必要がある。

4. 結論

改良9Cr-1Mo鋼の、種々の条件におけるクリープ中絶試験材の組織観察から、本材料の転位組織変化とクリープ変形量および寿命比の関係に関して、以下の結果が得られた。

(1) ラス幅は、高温・無応力下では変化しない。しかし応力下ではラス幅は時間とともに増加し、高温・高応力ほど増加速度は早い。すなわち応力下での変形が、ラス幅の増加と密接に関係している。

(2) ラス幅およびラス幅の変化率は、ひずみの増加に伴い増加する。ラス幅とひずみの関係は、温度に依存しない。ラス幅の変化率とひずみの関係は、温度のみならず応力にも依存しない。

(3) ラス幅の変化率とひずみの関係は、温度あるいは応力加速試験から実機条件での検量線を作ることができる。この関係を使えば、ラス幅の測定からひずみを推定し、推定クリープ曲線から寿命比を評価できる。

本研究は東北大学と動力炉・核燃料開発事業団の先行基

礎工学分野の研究協力の一貫として行われたものである。
また、文部省科学研究費（基盤研究(A) (1) No. 7555653）
および日本鉄鋼協会鉄鋼研究振興助成金の補助も受けたこ
とを記して感謝の意を表す。

文 献

- 1) 金属材料技術研究所研究報告集, **11** (1990), 29.
- 2) 角屋好邦, 後藤 徹: 材料, **41** (1992), 1736.
- 3) 新谷紀雄: 鉄と鋼, **73** (1987), 1089.
- 4) 浅川幸一, 大友 暁, 雑賀喜規: 鉄と鋼, **65** (1979), 869.
- 5) 吉澤廣喜, 中代雅士, 木原重光, 馬木秀雄: 鉄と鋼, **82** (1996), 1011.
- 6) 増山不二光: 日本金属学会会報, **35** (1996), 753.
- 7) F.Masuyama and N.Nishimura: Proc. 10th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA 10), ed. by H.Oikawa et al., JIM, Sendai, (1994), 657.
- 8) G.Eggeler, J.Hald, M.Cans and J.Phillips: Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, ed by B.Wilshire and R.W.Evans, The Inst. Materials, London, (1993), 527.
- 9) 澤田浩太, 丸山公一, 小峰龍司, 永江勇二: 鉄と鋼, **83** (1997), 466.
- 10) 丸山公一, 中島英治: 高温強度の材料科学, 内田老鶴圃, 東京, (1997).
- 11) W.Blum and S.Straub: Steel Res., **62** (1991), 72.